

**UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ
COORDENAÇÃO DE QUÍMICA**

CURSO DE BACHARELADO E LICENCIATURA EM QUÍMICA

BRUNO EKAWA

HENRIQUE EMILIO ZOREL JUNIOR

**ADEQUAÇÃO DO PROCESSO DE OBTENÇÃO DE α -ALUMINA A
PARTIR DE LATAS DE ALUMÍNIO UTILIZANDO
8-HIDROXIQUINOLINA COMO AGENTE QUELANTE**

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

PATO BRANCO

2014

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANA
CAMPUS PATO BRANCO
CURSO DE QUÍMICA BACHARELADO

BRUNO EKAWA

**ADEQUAÇÃO DO PROCESSO DE OBTENÇÃO DE α -ALUMINA A
PARTIR DE LATAS DE ALUMÍNIO UTILIZANDO 8-
HIDROXIQUINOLINA COMO AGENTE QUELANTE**

Pato Branco – PR
2014

BRUNO EKAWA

**ADEQUAÇÃO DO PROCESSO DE OBTENÇÃO DE α -ALUMINA A
PARTIR DE LATAS DE ALUMÍNIO UTILIZANDO 8-
HIDROXIQUINOLINA COMO AGENTE QUELANTE**

Trabalho de conclusão de curso, apresentado à Comissão de Diplomação do Curso de Bacharelado em Química da Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR), Campus Pato Branco, como requisito parcial para obtenção do título de Bacharel em Química.
Orientador: Henrique Emílio Zorel Junior

Pato Branco – PR
2014

TERMO DE APROVAÇÃO

O trabalho de diplomação intitulado **ADEQUAÇÃO DO PROCESSO DE
OBTENÇÃO DE α -ALUMINA A PARTIR DE LATAS DE ALUMÍNIO UTILIZANDO
8-HIDROXIQUINOLINA COMO AGENTE QUELANTE**

foi considerado APROVADO de acordo com a ata da banca examinadora N°

2.12/2013-B.

Fizeram parte da banca os professores:

Prof. Dr. Henrique Emílio Zorel Junior

Profa. Dra. Cristiane Regina Budziak Fukamachi

Prof. Msc. Guilherme Alves

DEDICATÓRIA

Dedico o presente trabalho aos meus colegas de curso, aos meus familiares, aos investidores do ensino público (sociedade civil) e ao meu orientador.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a toda à estrutura que suportou o curso para sua devida execução, aos docentes que auxiliaram durante esse percurso. À minha família, aos meus amigos e todos que de alguma forma contribuíram durante esse período por todo apoio.

EPÍGRAFE

"Ser radical é agarrar as coisas pela raiz, e a raiz para o
homem é o próprio homem."

Karl Marx

RESUMO

A obtenção de α -alumina a partir de latas de alumínio utilizando 8-hidroxiquinolina como composto quelante a fim de capturar o alumínio dissolvido em solução básica forte em presença de calor, com posterior caracterização do complexo obtido e de um padrão produzido a partir de nitrato de alumínio, com os instrumentos de Análise Térmica e Espectroscopia no Infravermelho.

Palavras-chave: α -alumina, 8-hidroquinolina, Análise Térmica, Espectroscopia no Infravermelho.

ABSTRACTS

The obtaining of α -alumina from aluminum cans using 8-hydroxyquinoline as a chelating compound in order to capture dissolved aluminum in strong basic solution in the presence of heat aluminum, with subsequent characterization of the complex obtained and a pattern produced from nitrate aluminum, with the instruments of Thermal Analysis and Infrared Spectroscopy.

Keywords: α -alumina, 8-hydroxyquinoline, thermal analysis, Infrared spectroscopy.

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1: FÓRMULA ESTRUTURAL DA 8-HIDROXIQUINOLINA.....	3
FIGURA 2: FÓRMULA ESTRUTURAL DA $Al(8Q)_3$	3
FIGURA 3: CONFORMAÇÃO DA α -ALUMINA (CORUNDUM)	3
FIGURA 4: CONFORMAÇÃO DA γ -ALUMINA	3
FIGURA 5: CONFORMAÇÃO DA κ -ALUMINA.....	3
FIGURA 6: RELAÇÃO ENTRE AS TAXAS DE AQUECIMENTO	5
FIGURA 8: GRÁFICO DA DECOMPOSIÇÃO TÉRMICA DO COMPLEXO OBTIDO DA LATA DE ALUMÍNIO.....	10
FIGURA 9: REAÇÕES DE DECOMPOSIÇÃO DO COMPLEXO DA LATA DE ALUMÍNIO EM TAXAS DE 5 E 10 °C/MIN.....	11
FIGURA 10: REAÇÕES DE DECOMPOSIÇÃO DO COMPLEXO DA LATA DE ALUMÍNIO EM TAXA DE 20 °C/MIN.....	12
FIGURA 11: GRÁFICOS DA DECOMPOSIÇÃO TÉRMICA DO COMPLEXO PADRÃO.....	13
FIGURA 12: REAÇÕES DE DECOMPOSIÇÃO PARA O COMPLEXO PADRÃO....	14
FIGURA 13: DECOMPOSIÇÃO DO COMPLEXO OBTIDO DA LATA DE ALUMÍNIO EM ATMOSFERA INERTE	14
FIGURA 14: DECOMPOSIÇÃO DO COMPLEXO PADRÃO EM ATMOSFERA INERTE.....	15
FIGURA 15: ESPECTRO DE INFRAVERMELHO DOS COMPLEXOS.....	16
FIGURA 16: ESPECTRO DE IV DOS COMPOSTOS S1 E S2 COM EVIDÊNCIA DA LIGAÇÃO C-O	16

LISTA DE TABELAS

TABELA 1: COMPOSIÇÃO DO CORPO DAS LATAS DE ALUMÍNIO (EN-AW 3004)2	
TABELA 2: COMPOSIÇÃO DAS PARTES SUPERIOR DAS LATAS DE ALUMÍNIO (EN-AW 5182).....	3
TABELA 3: ORIGENS FÍSICO-QUÍMICAS DAS CURVAS DE DTA.....	6
TABELA 4: DECOMPOSIÇÃO TÉRMICA DO COMPLEXO DA LATA DE ALUMÍNIO	11
TABELA 5: DECOMPOSIÇÃO TÉRMICA DO COMPLEXO PADRÃO	13

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	1
2 OBJETIVOS	1
2.1 OBJETIVO GERAL.....	1
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	1
3 REFERENCIAL TEÓRICO	2
3.1 LATAS DE ALUMÍNIO.....	2
3.2 AGENTE QUELANTE – 8-HIDROXIQUINOLINA.....	3
3.3 ALUMINA E SUAS CONFORMAÇÕES	2
3.4 ANÁLISE TÉRMICA	4
3.4.1 Termogravimetria (TG) / Termogravimetria Derivada (DTG).....	4
3.4.2 Análise Térmica Diferencial (DTA)	5
3.5 ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO	6
3.6 TIPOS DE ESPECTROFOTÔMETROS DE INFRAVERMELHO	7
4 MATERIAIS E MÉTODOS	8
4.1 DIGESTÃO DA AMOSTRA E FORMAÇÃO DO COMPLEXO $Al(8Q)_3$	8
4.2 ANÁLISES SOBRE O COMPLEXO $Al(8Q)_3$	9
4.2.1 Análise Térmica	9
4.2.2 Infravermelho	9
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	9
5.1 OBTENÇÃO DO COMPLEXO.....	9
5.2 CARACTERIZAÇÃO DO COMPLEXO	10
5.2.1 Análise Térmica	10
5.2.2 Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier.....	15
6 CONCLUSÕES	18

1 INTRODUÇÃO

A produção de latas de alumínio no Brasil prevista para o ano de 2011 era de 24,1 bilhões de toneladas e este valor tende a aumentar com a proximidade de eventos esportivos no Brasil. A produção de ligas metálicas de alumínio advém de processos como o de reciclagem e a partir da extração do metal de rochas, sendo que este apresenta maior gasto de energia para a extração do alumínio. Desta forma, a reciclagem vem sendo utilizada para reaproveitar as latas de alumínio, que no Brasil chega a 97,9% (ABAL, 2012), uma porcentagem alta, porém é de interesse que mais processos possam ser desenvolvidos para o aproveitamento desta matéria.

Neste contexto, este trabalho propõe a produção de α -alumina utilizando-se um processo de digestão de alumínio com hidróxido de potássio, seguida de precipitação com a 8-hidroxiquinolina. O material produzido será caracterizado por intermédio do equipamento de Análise Térmica de modo a analisar o comportamento térmico do complexo formado, e determinar a quantidade de energia despendida no processo de decomposição do complexo e sua viabilidade econômica.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Caracterizar e obter α -alumina a partir das latas de alumínio.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Agregar valor a reciclagem das latas de alumínio.
- Produzir α -alumina com baixa porcentagem de impurezas.

3 REFERENCIAL TEÓRICO

3.1 LATAS DE ALUMÍNIO

As Latas de alumínio estão entre as embalagens de bebidas mais utilizadas no mundo sendo que a produção mundial do alumínio somente para o ramo de bebidas em 1996 foi de 2,6 milhões de toneladas (ANDRADE), sendo provável um volume superior para 2013, devido ao aumento da produção pela indústria nacional e importações. As ligas de alumínio produzidas contêm teores distintos de metais dependendo de sua aplicabilidade, no caso das latas de alumínio tem-se o corpo com certa composição (Tabela 1) e a parte superior com outra (Tabela 2). (EUROPEAN STEEL AND ALLOYS GRADES)

O processo de produção das latas de alumínio consiste em moldar a lâmina EN-AW/ASTM 3004 no formato desejado e nesta parte são necessárias inúmeras etapas, que vão desde a prensagem num formato de copo até a sua modelagem final. Em seguida o interior da lata é recoberto com uma camada de verniz e o exterior é pintado conforme o design desejado, por fim a lata é preenchida com a bebida e a parte superior é fixada no corpo da lata. (CROWN, 2008)

Tabela 1: Composição do corpo das latas de alumínio (EN-AW 3004)

Elementos	Porcentagem
Al	Restante
Fe	0,7 máx.
Si	0,3 máx.
Mn	1 - 1,5
Cu	0,25 máx
Mg	0,8 - 1,3
Zn	0,25 máx.
Outros	Cada 0,05; Total 0,15

Fonte: European Steel and Alloys Grades

Tabela 2: Composição das partes superior das latas de alumínio (EN-AW 5182)

Elementos	Porcentagem
Al	Restante
Fe	0,35 máx.
Si	0,2 máx.
Mn	0,2 - 0,5
Cu	0,15 máx
Mg	4 – 5
Zn	0,25 máx.
Ti	0,1 máx.
Cr	0,1 máx.
Outros	Cada 0,05; Total 0,15

Fonte: European Steel and Alloys Grades

3.2 AGENTE QUELANTE – 8-HIDROXIQUINOLINA

A 8-hidroxiquinolina (Figura 1) é um agente quelante formado por dois anéis hexagonais que são a união de um fenol a uma piridina, este composto é de interesse por sua capacidade de formar complexos estáveis devido a sua esterificação do metal ligante como no caso do $Al(8Q)_3$ (Figura 2), formando um complexo octaédrico que fornece mais estabilidade, além de sua atuação como base de Lewis (doador de par de elétrons), enquanto o metal atua como ácido de Lewis (aceptor de par de elétrons) (SAPELLI, 2006).

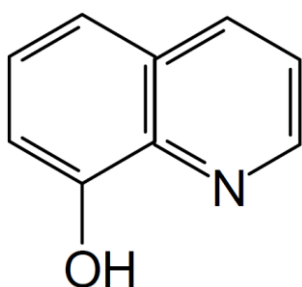


Figura 1: Fórmula estrutural da 8-hidroxiquinolina

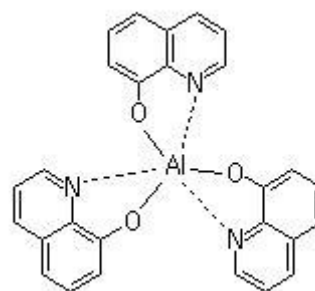


Figura 2: Fórmula Estrutural da $Al(8Q)_3$

Suas aplicações não se restringem somente a complexação de íons metálicos, sendo o composto quelante mais aplicado após o EDTA. Está presente

em aplicações biológicas, antiamébio, antimalárico, anticâncer, (PATEL, 2013) é um potente inibidor de HIV-1, doenças inflamatórias, entre outros. (PATEL, 2013)

3.3 ALUMINA E SUAS CONFORMAÇÕES

A Alumina (Al_2O_3) é um composto disposto de diferentes formas dependendo da sua conformação podendo ser α , β , γ , δ , η , θ , κ , χ , amorfa, entre outras (ERVIN, 1952) (SANTOS, 2000). Basicamente, a alumina é uma rede de oxigênio e Al em seus interstícios, já a α -alumina, estrutura que apresenta a maior estabilidade de todos, sendo que as demais conformações são metaestáveis, “consiste em íons oxigênio num empacotamento hexagonal com os alumínio ocupando dois terços dos interstícios octaédricos” (ERVIN, 1952)

As conformações metaestáveis κ (Figura 5) e χ são derivadas do empacotamento hexagonal compacto da série- α . Já as conformações γ , δ , η e θ tem em comum a estrutura de espinélio com empacotamento cúbico de face centrada pertencendo a série- γ . (BHADURI, 1996)

As formas metaestáveis da alumina se rearranjam na α -alumina (Figura 3) à uma determinada condição de tratamento térmico, ou seja, i.e. a γ -alumina (Figura 4) com conformação cúbica de face centrada se rearranja na conformação hexagonal compacto em temperaturas acima a 1000°C . Já em condições de síntese por combustão em condições de tratamento térmico em torno de 600°C , estudos indicam que existe grande influência da faixa de fornecimento de energia pelo combustível na conformação do produto final, podendo originar a formação de conformações distintas de alumínio, caso a energia não seja fornecida na faixa necessária para formação da α -alumina. (IANOS, 2009)

Neste sentido, existem pontos negativos em cada um dos processos que vão desde formação de conformações indesejadas em condições de tratamento térmico até certa temperatura, altos gastos de energia térmica ou mesmo dificuldade de encontrar o composto que ceda energia por uma longa faixa de temperatura durante o período de disposição das moléculas.

A α -alumina é um produto de interesse de obtenção devido às suas aplicabilidades e principalmente devido ao seu alto potencial abrasivo, catalítico, de prevenção a poluição, biocompatibilidade para materiais utilizados na medicina,

constituente de peças cerâmicas (CHANDRADASS, 2009), entre outros, como também as suas características morfológicas: dureza, resistência a compressão, transparência e resistência ao desgaste. (TONIOLO, 2004)

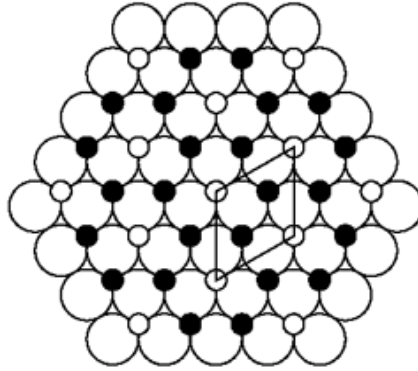


Figura 3: Conformação da α -alumina (corundum)

Fonte: Alumina Crystal Structures

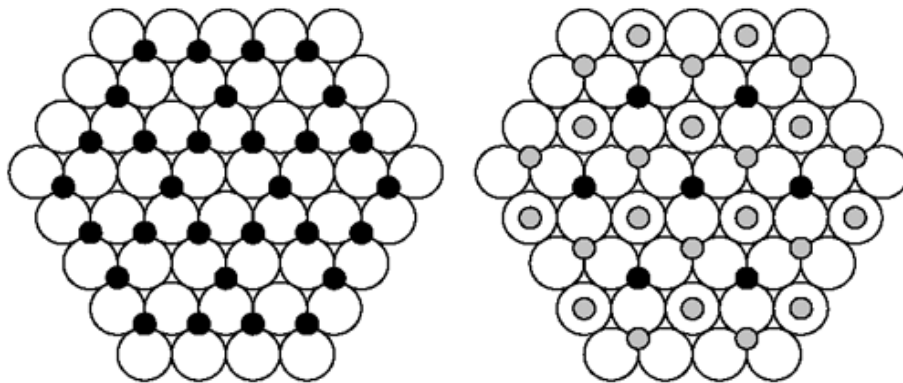


Figura 4: Conformação da γ -alumina

Fonte: Alumina Crystal Structures

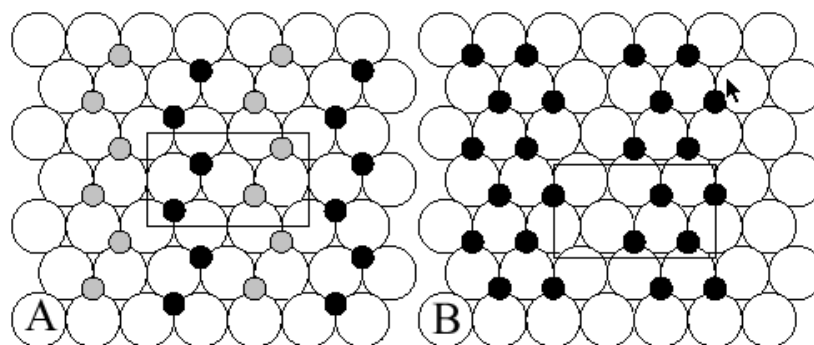


Figura 5: Conformação da κ -alumina

Fonte: Alumina Crystal Structures

3.4 ANÁLISE TÉRMICA

Análise Térmica é “um conjunto de técnicas que permite medir as mudanças de uma propriedade física ou química de uma substância ou material em função da temperatura ou do tempo, enquanto a substância é submetida a uma programação controlada de temperatura.” (GIOLITO, 1987, apud MOTHE, 2009, p.19)

A gama de informações que podem ser obtidas a partir deste conjunto de técnicas depende de qual dos processos existentes são utilizados, sendo que os equipamentos mais utilizados de Análise Térmica são Termogravimetria (TG) / Termogravimetria Derivada (DTG), Análise Térmica Diferencial (DTA), Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC), Análise Mecânica Térmica (TMA) e Análise Mecânica-Dinâmica (DMA). (MOTHÉ; AZEVEDO, 2009)

Serão dadas ênfases às técnicas de TG/DTG e DTA.

A dificuldade da Análise Térmica, está na sua capacidade de relacionar curvas distintas, devido a inúmeros fatores inerentes à massa e à temperatura como acúmulo eletrônico, condensação e reação força eletrostática, entre outros. Também há uma dificuldade de reproduzir “tamanho da partícula, empacotamento, solubilidade de gases despendidos na amostra, correntes de convecção no forno e efeitos eletrostáticos.” (MOTHÉ; AZEVEDO, 2009)

Busca-se sanar deficiências da Análise Térmica fazendo-se melhorias nas termobalanças, acoplado-se diferentes instrumentos ao equipamento, como FTIR, Difratômetro de Raios X, CG-MS, entre outros, a fim de fornecer maiores informações durante o tempo de corrida da amostra. Suas aplicações são inúmeras, indo desde a área alimentícia até a de materiais (cerâmicos, poliméricos, entre outros).

3.4.1 Termogravimetria (TG) / Termogravimetria Derivada (DTG)

A Termogravimetria “baseia-se no estudo da variação de massa de uma amostra, resultante de uma transformação física ou química em função do tempo.” (MOTHÉ; AZEVEDO, 2009). É utilizada para se ter noção das características térmicas, como a estabilidade, e também pode nos dar informações importantes

sobre liberações características de compostos presentes na amostra. Já se sabe sobre faixas características da liberação de alguns compostos vinculados ao tipo de reação (exotérmica ou endotérmica).

Combinando a análise da curva TG a derivada desta (DTG), podemos ter ciência do ponto de início, final e mesmo a máxima taxa de variação de massa, além da integral de seu pico ser igual à variação de massa (MOTHÉ; AZEVEDO, 2009). Este conjunto de informações nos dá condições de avaliar o comportamento térmico de uma amostra dependendo de sob quais condições a amostra se encontra, atmosfera oxidante ou inerte, taxas de aquecimento distintas (i.e 1,5 ou 10 °C.min⁻¹).

A importância das diferentes taxas na avaliação do comportamento térmico dos materiais está na relação entre a taxa, fornecimento de energia total e taxa de fornecimento de energia, esta relação é mostrada pela Figura 6.

\uparrow taxa de aquecimento \uparrow taxa de fornecimento de energia
 \downarrow taxa de aquecimento \uparrow fornecimento de energia total

Figura 6: Relação entre as taxas de aquecimento

Esta diferença pode oferecer diferentes dados para uma mesma amostra, como estabilidade distinta dependente da taxa de fornecimento de energia, ou simplesmente um deslocamento para maiores temperaturas caso a amostra não apresente diferenciação entre as transições (quebras sempre iguais, independente da variação).

3.4.2 Análise Térmica Diferencial (DTA)

A DTA “é uma técnica térmica em que se mede a diferença de temperatura entre a amostra e uma substância inerte (referência), quando ambas são submetidas a um programa controlado de temperatura, aquecimento ou resfriamento.” (MOTHE; AZEVEDO, 2009).

A técnica mostra se as reações são exotérmicas ou endotérmicas, características que podem auxiliar na determinação de qual composto foi liberado devido ao padrão de liberação que depende das condições de tratamento térmico e da atmosfera.

A Tabela 3 indica uma relação entre o tipo de picos e o fenômeno que pode ocorrer quando estes picos aparecem.

Tabela 3: Origens Físico-Químicas das curvas de DTA

Fenômeno	Mudanças de entalpia	
	Endotérmico	Exotérmico
Físico		
Capacidade calorífica	Mudança na linha base, não picos	
Cristalização		X
Fusão	X	
Sublimação	X	
Vaporização	X	
Químico		
Combustão		X
Decomposição	X	X
Degradação oxidativa		
Desidratação	X	

Fonte: Análise Térmica de Materiais

3.5 ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO

A espectroscopia de infravermelho consiste numa técnica que fornece comprimentos de onda (4000 cm^{-1} à 400 cm^{-1}), por conseguinte energia, de forma a causar modificações na estrutura vibracional. Estas linhas se diferem dependendo dos elementos presentes na estrutura da molécula, como também de suas ligações, em que ambas podem ser relacionadas com as funções orgânicas presentes na estrutura.

Cada faixa característica pode ser relacionada com a literatura quanto à posição do banda e o tipo de ligação entre os elementos presentes e suas ligações, o conjunto de ligações e a estrutura completa da amostra também pode afetar a posição dos vales.

As estruturas vibracionais são divididas em:

- De estiramento: podendo ser simétrico ou assimétrico. Para isto é necessário que num grupo de três ou mais átomos, pelo menos dois sejam idênticos. Normalmente vibrações de estiramento necessitam de maior energia que as de dobramento, isto relacionado à massa reduzida;

- De dobramento: pode ser *scissoring*, *rocking*, *wagging* e *twisting*, em que as duas primeiras ocorrem no plano e as demais fora do plano.

As ligações entre os átomos pode ser considerada como um elástico, e considerando este como um oscilador harmônico pode-se relacionar a energia e número de onda a partir da equação, $E_{osc} \propto hv_{osc}$, em que h é a Constante de Planck, com a constante de força K do elástico juntamente com a massa dos átomos.

Assim a equação final é

$$\bar{\nu} = \frac{1}{2\pi c} \sqrt{\frac{K}{\mu}} \quad \text{ou} \quad \bar{\nu} = 4,12 \sqrt{\frac{K}{\mu}}$$

em que a massa reduzida, $\mu = \frac{m_1 m_2}{m_1 + m_2}$

Aproximando-se, pode-se considerar K como sendo três vezes maior para uma ligação tripla comparada à uma ligação simples, e para ligações duplas sendo duas vezes maior que uma ligação simples. (K para ligação simples = $5 \cdot 10^5$ dinas/cm)

Assim pode-se estimar a posição de vibrações entre ligações, porém deve-se atentar para variações ocasionadas pelas diferenças estruturais entre as moléculas.

3.6 TIPOS DE ESPECTROFOTÔMETROS DE INFRAVERMELHO

Os espectrofotômetros de infravermelho mais utilizados em laboratório são: o instrumento dispersivo e o de transformada de Fourier, a vantagem em espectrofotômetros com transformada de Fourier está na velocidade de obtenção dos espectros. Pode-se dizer que o instrumento dispersivo está no domínio da frequência, devido ao registro ser realizado em função da variação da frequência aplicada à amostra, e o instrumento com transformada de Fourier estar no domínio temporal, devido a produção de um interferograma que posteriormente é

transformado em frequência a partir da aplicação da operação matemática: Transformada de Fourier.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 DIGESTÃO DA AMOSTRA E FORMAÇÃO DO COMPLEXO $Al(8Q)_3$

A lata de alumínio foi reduzida a pequenos pedaços e sua pintura retirada por raspagem mecânica. Em seguida, realizou-se a digestão de aproximadamente 0,25 g da amostra num kitassato acoplado a um funil de decantação contendo solução de KOH $5,0 \text{ mol L}^{-1}$ e na saída lateral do kitassato foi conectada uma mangueira levando a um tubo de ensaio contendo $CuO_{(s)}$, e o kitassato foi posicionado numa chapa de aquecimento. A seguir a válvula do funil de decantação foi aberta e iniciou-se o aquecimento para acelerar a digestão, a reação de digestão da lata de alumínio gera o gás hidrogênio que seguiu para o tubo de ensaio aquecido pelo bico de Bunsen até a formação do cobre metálico.

Filtrou-se a solução formada no kitassato, ao filtrado saturou-se a solução com ácido nítrico a fim de converter o $[Al(OH)_4]^-$ em Al^{+3} para que este possa reagir com a 8-hidroxiquinolina, presente numa solução de ácido acético, $0,1 \text{ mol.L}^{-1}$. Posicionou-se o conjunto num agitador magnético, juntamente com o eletrodo medidor de pH e uma bureta acima contendo uma solução 1:1 de NH_4OH (sendo utilizado devido ao seu baixo potencial hidrogeniônico e volatilidade) adicionada gota-a-gota enquanto a solução presente no béquer era mantida em agitação constante. O intuito desta adição branda é formar sólidos homogêneos sem muita diferença granulométrica. Para evitar mudanças na 8-hidroxiquinolina a solução contendo íons Al^{+3} , solução com pH baixo devido à saturação com ácido nítrico, adicionou-se esta solução lentamente sobre a solução de 8-hidroxiquinolina, sendo que o pH era controlado com adição de NH_4OH 1:1 a fim de não reduzir o pH a zero, neste caso o pH foi mantido numa faixa de 1,0. A adição da solução de NH_4OH cessou quando se atingiu o pH 9,0, posteriormente filtrou-se a solução e manteve-se o sólido contido no filtro a $60^\circ C$ numa estufa até o sólido se apresentar na forma de pó seco para finalmente ser macerado e obter o sólido 1 (S1).

Para a comparação preparou-se um padrão. Diluiu-se o $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ em água, e à esta solução realizou-se os mesmos passos para obtenção do S1: adição de 8-hidroxiquinolina e posterior precipitação do complexo, que será filtrado, seco em estufa e por fim macerado, obtendo-se o sólido 2 (S2).

4.2 ANÁLISES SOBRE O COMPLEXO $\text{Al}(\text{8Q})_3$

Sobre o complexo obtido e seco foram aplicadas técnicas a fim de determinar a composição do complexo.

4.2.1 Análise Térmica

Realizou-se decomposição térmica da amostra a taxas de 5, 10 e 20 °C numa faixa de temperatura de 30 a 900°C sob atmosfera oxidante, e em atmosfera sintética na taxa de 10 °C/min de 30 a 900 °C, a fim de obter os gráficos de TG/DTG e DTA, o equipamento utilizado foi da TA Instruments modelo SDT-Q-600.

4.2.2 Infravermelho

Realizou-se a Análise por Espectroscopia no Infravermelho em equipamento com Transformada de Fourier para determinar características da disposição do complexo a partir dos vales, as inflexões com derivadas negativas inicialmente com posterior derivadas positivas, presentes em ambos complexos, o equipamento utilizado foi da Perkin-Elmer modelo FT-IR Frontier.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 OBTENÇÃO DO COMPLEXO

Os complexos formados apresentaram a cor característica de complexos de 8-hidroquinolina com alumínio, amarelo-esverdeada brilhante. Porém, visualmente

percebeu-se que S2 formava um pó fino homogêneo e S1 formava um pó mais íntegro, com maior granulometria e suas partículas conseguem interagir com as demais, formando um conjunto visualmente maior. Isto pode ser evidenciado pelo grau distinto de hidratação de cada um dos complexos, em que complexos com maior hidratação formam maiores aglomerados.

5.2 CARACTERIZAÇÃO DO COMPLEXO

5.2.1 Análise Térmica

A partir de S1, os gráficos da TG, DTG e DTA foram obtidos como mostra a Figura 7, a leve queda inicial da massa da amostra em todas as taxas é a liberação de água superficial, as demais quedas, suas temperaturas e a perda de quais elementos da estrutura do complexo estão presentes na Tabela 4.

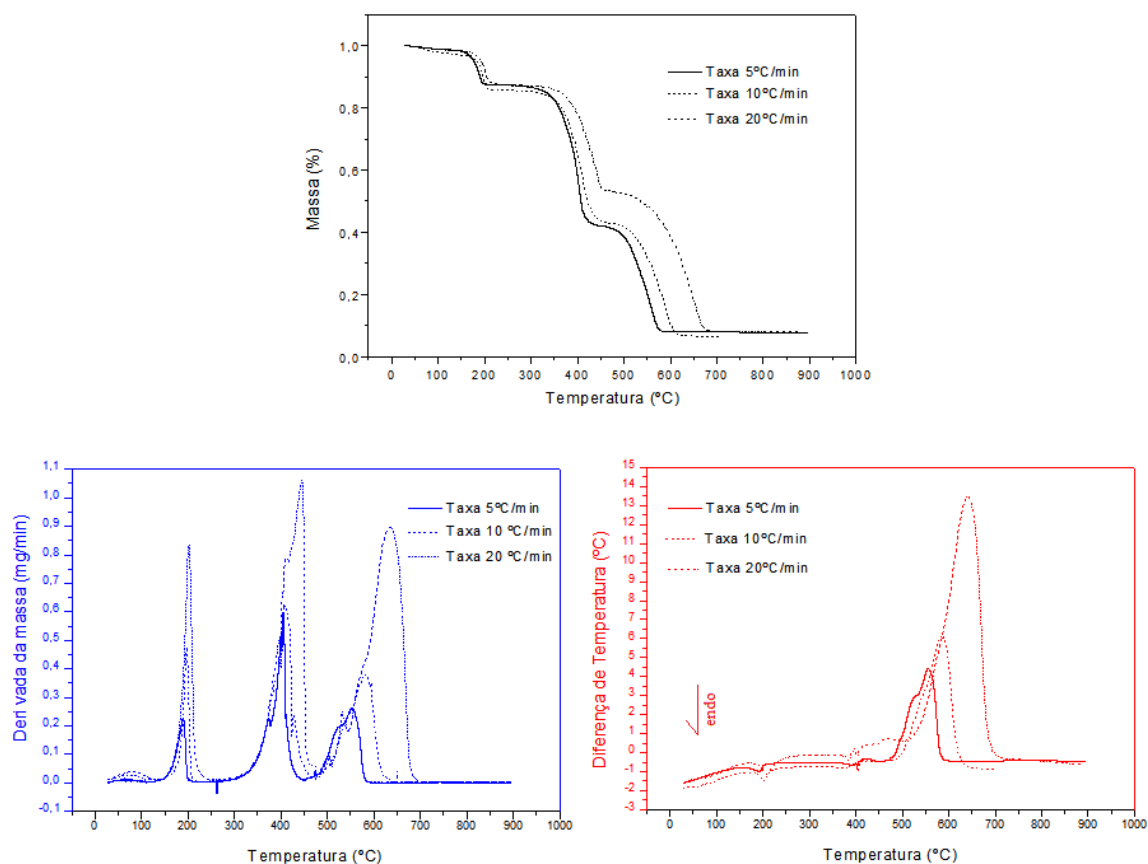


Figura 7: Gráfico da Decomposição Térmica do complexo obtido da lata de alumínio

Tabela 4: Decomposição Térmica do complexo da lata de alumínio

Taxa		Temperatura inicial (°C)	Temperatura final (°C)	Massa inicial (%)	Massa final (%)	Elementos liberados
5 °C/min	Primeira queda	126,03	210,22	98,68	87,56	3,24 H ₂ O
	Segunda queda	259,50	445,68	87,18	42,14	C ₁₈ H ₁₈
	Terceira queda	445,68	603,83	42,14	8,06	C ₉ N ₃ + $\frac{3}{4}$ O ₂
10 °C/min	Primeira queda	137,16	231,47	97,23	85,86	3,38 H ₂ O
	Segunda queda	288,89	462,44	85,33	43,08	C ₁₈ H ₁₈
	Terceira queda	462,44	638,02	43,08	6,61	C ₉ N ₃ + $\frac{3}{4}$ O ₂
20 °C/min	Primeira queda	138,16	242,04	98,43	87,47	3,20 H ₂ O
	Segunda queda	306,44	475,82	86,99	53,01	C ₁₂ H ₁₈
	Terceira queda	475,82	695,54	53,01	8,21	C ₁₅ N ₃ + $\frac{3}{4}$ O ₂

As reações que ocorrem durante o processo de decomposição para as taxas de 5 e 10 °C/min são como mostra a Figura 8.

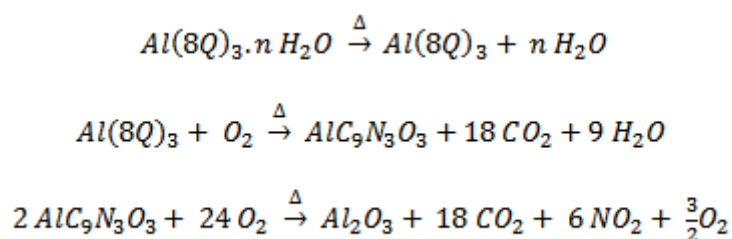


Figura 8: Reações de decomposição do complexo da lata de alumínio em taxas de 5 e 10 °C/min

Em que n é o número de mols de água contido em cada uma das substâncias. A teor de ciência, 8Q apresenta a seguinte fórmula molecular: C₉H₆NO.

Na taxa de 5 °C/min houve uma diferença de 1,65% entre o valor teórico 9,71% e o obtido 8,06% no final da decomposição. Esse valor se dá pelo evento que tem início na faixa de 400 °C, em que há dois picos endo térmicos sucessivos, o primeiro indica a sublimação do composto, que a seguir é fundido (segundo pico). Durante esse evento há uma perda, caso esta seja a única perda de massa por mudança para o estado gasoso, em relação à massa relativa a de Al(8Q)₃ de 8,55

$\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$, durante os cálculos este valor não influi de forma considerável durante a estimativa de perdas durante a decomposição, pois ao se realizarem os cálculos para a terceira queda não foram encontrados valores muito discrepantes entre o valor real e o valor calculado. Na taxa de $10\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ ocorre o mesmo evento, há uma diferença de 2,91% entre o valor teórico 9,52% e o obtido 6,61%, havendo assim uma diferença em massa de $15,16\text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$. Isso indica que pode haver uma diferença de um carbono para a terceira queda e um a menos que o calculado para a segunda queda.

Já para a taxa de $20\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$, a segunda e terceira reações são distintas, como mostra a Figura 9. Além de ambas as curvas terem sido deslocados para direita do gráfico, devido a quantidade de energia total ser menor que a obtida na taxa de $5\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$, ocorre uma diferenciação na decomposição na taxa de $20\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ em que é formado um intermediário com menor perda de massa que as demais. Isto pode estar relacionado a maior taxa de fornecimento de energia, que propiciou a quebra distinta da estrutura de S1. Neste caso houve uma diferença entre o valor teórico e prático de 1,49%, fornecendo uma diferença de $7,70\text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$.

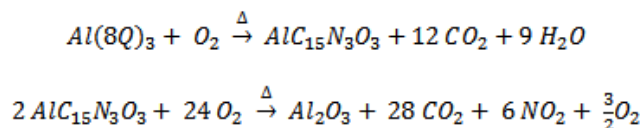


Figura 9: Reações de decomposição do complexo da lata de alumínio em taxa de $20\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$

A seguir foram realizadas as análises sobre o complexo padrão a fim de verificar se existem diferenças visíveis no comportamento térmico dos padrões, a curva representada pela Figura 10 demonstra estas análises.

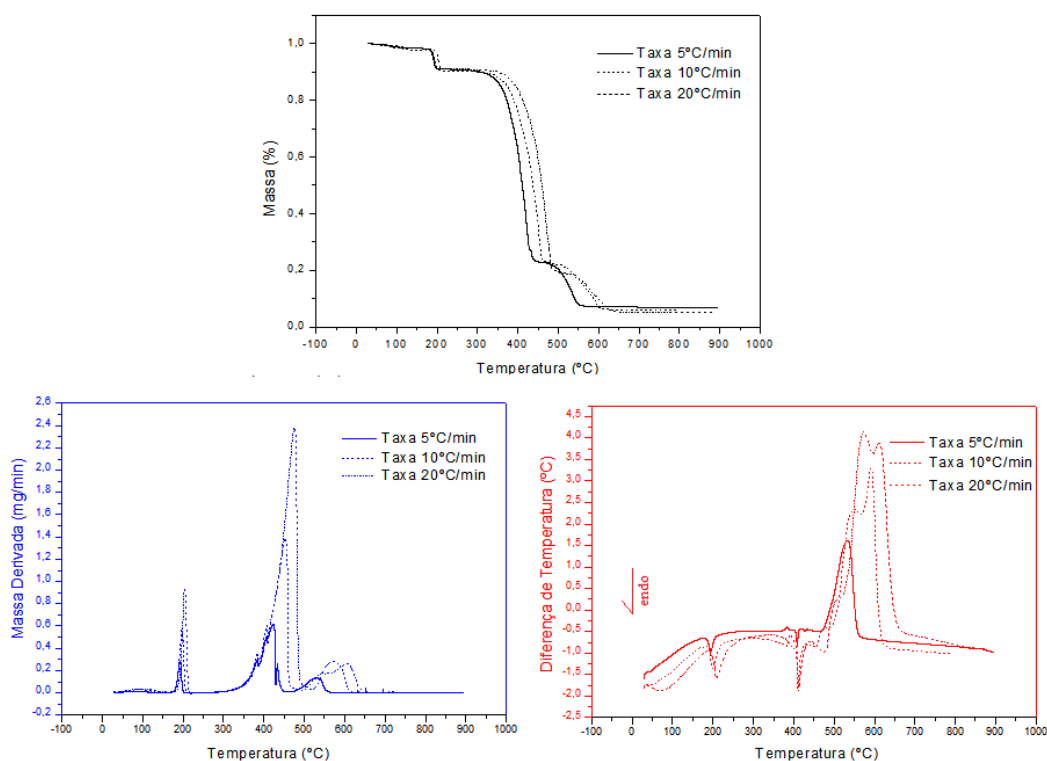


Figura 10: Gráficos da Decomposição Térmica do complexo padrão

A partir da Figura 10, realizou-se o mesmo processo executado sobre a amostra S1, os resultados apresentam-se na Tabela 5.

Tabela 5: Decomposição Térmica do complexo padrão

Taxa		Temperatura inicial (°C)	Temperatura final (°C)	Massa inicial (%)	Massa final (%)	Elementos liberados
5 °C/min	Primeira queda	125,59	211,50	98,44	90,95	2,10 H ₂ O
	Segunda queda	265,90	455,55	90,72	22,85	C ₂₇ H ₁₈
	Terceira queda	455,55	576,59	22,85	7,29	N ₃ + ¾O ₂
10 °C/min	Primeira queda	138,64	220,48	97,75	90,30	2,11 H ₂ O
	Segunda queda	277,79	478,84	90,17	22,54	C ₂₇ H ₁₈
	Terceira queda	478,84	622,48	22,54	6,24	N ₃ + ¾O ₂
20 °C/min	Primeira queda	161,53	223,24	98,30	90,96	2,06 H ₂ O
	Segunda queda	309,95	503,13	90,73	19,20	C ₂₇ H ₁₈
	Terceira queda	503,13	655,40	19,20	5,36	N ₃ + ¾O ₂

As reações para todas as taxas apresentam-se na Figura 11.

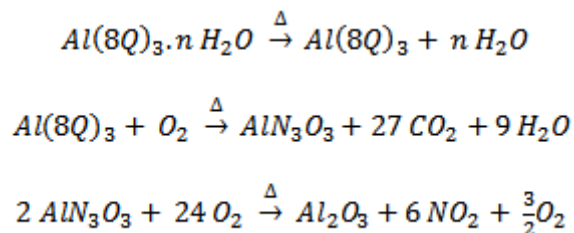


Figura 11: Reações de decomposição para o complexo padrão

As diferenças de massa devido a sublimação e posterior fusão do composto foram de 2,80%, 3,77% e 4,73%, sucessivamente para as taxas de 5 °C à 20 °C/min.

Para uma avaliação da diferença de perda de massa durante a sublimação seguida de fusão para a decomposição térmica de S1 e S2 pode-se notar que, para um mesmo comportamento térmico há um aumento na perda de massa. A mudança do comportamento térmico pode ser evidenciada em S1 pela similaridade das curvas nas taxas de 5 e 10 °C/min, na taxa de 20 °C/min ocorre uma mudança sensível da quebra da molécula e por consequência uma diferença no comportamento térmico, assim a tendência de aumento da perda de massa não ocorre. Já para S2 houve um acréscimo de perda evidente com o aumento da taxa.

Posteriormente foi realizada decomposição térmica em atmosfera inerte (N₂), as figuras Figura 12 e Figura 13 representam o comportamento térmico do complexo da lata de alumínio e do padrão, respectivamente.

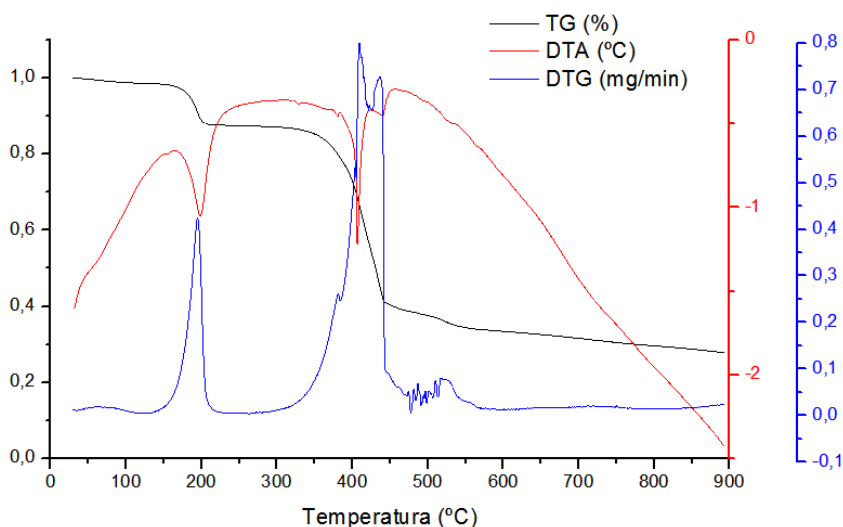


Figura 12: Decomposição do complexo obtido da lata de alumínio em atmosfera inerte

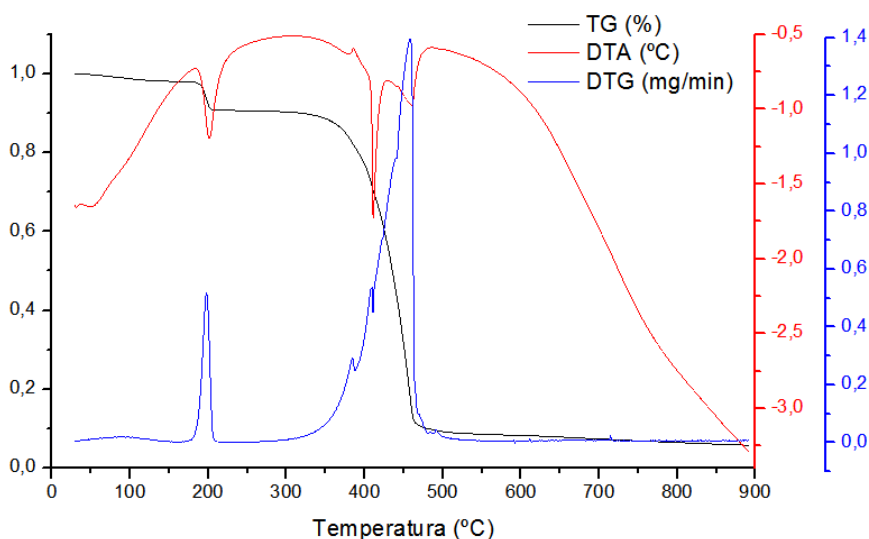


Figura 13: Decomposição do complexo padrão em atmosfera inerte

A partir das análises das Figura 12 e Figura 13 pode-se inferir que o comportamento térmico das duas amostras é distinto, sendo que a menor porcentagem final de S2 demonstra a formação final em aproximadamente 10% de massa com total decomposição da matéria orgânica presente em sua composição. Já na amostra S1 não houve a liberação total de sua matéria orgânica, apresentando possivelmente uma diferente composição com diferentes pontos de afinidade com os elementos presentes em sua estrutura, dificultando a perda da matéria orgânica e maior massa final, em torno de 30%.

5.2.2 Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier

O Espectro de Infravermelho com Transformada de Fourier pode ser observado na Figura 14. Visualmente a diferença entre os gráficos é imperceptível, e os picos característicos presentes na 8-hidroxiquinolina ligada ao alumínio são a presença de ligação C-O aparecendo como dois picos, um mais forte e mais largo que o outro na faixa de 1261 a 1345 cm^{-1} , como pode ser visto na Figura 15. Um estiramento C-H também pode ser observado na região de 3000 cm^{-1} , na faixa de 1490 a 1620 cm^{-1} pode se ver o estiramento C=C aromático.

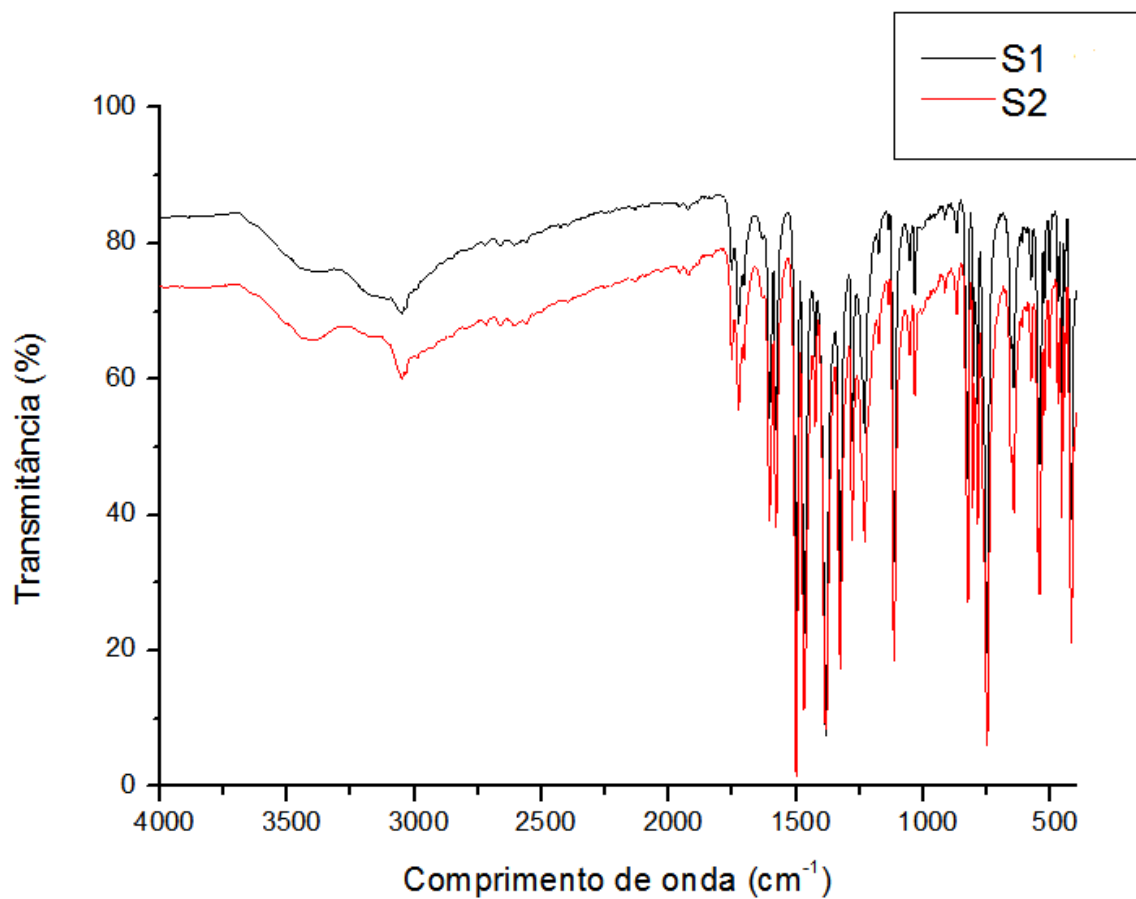


Figura 14: Espectro de Infravermelho dos Complexos

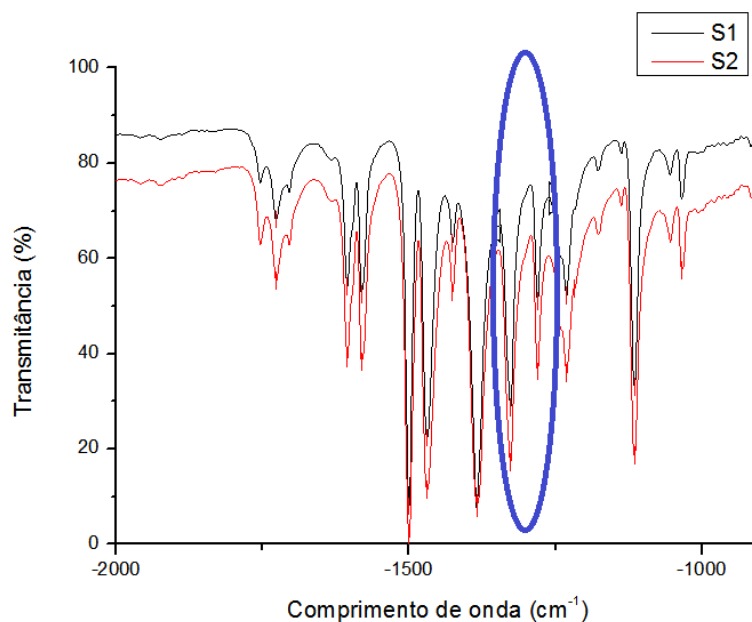


Figura 15: Espectro de IV dos compostos S1 e S2 com evidência da ligação C-O

Os picos que possivelmente poderiam aparecer devido à presença de outros metais foram calculados a partir da utilização da massa reduzida entre os possíveis metais que a amostra poderia conter e suas ligações com O e N, para constatar se estes estavam ou não presentes, porém não constatou-se diferença significativa entre os espectros de infravermelho.

Assim, como o espectro de infravermelho pode ser considerado uma impressão digital do composto infere-se que a similaridade de ambos é alta, porém as correções devidas ao número de corridas que o equipamento executa, podem ter considerado a presença da pequena quantidade de impureza na amostra S1 como ruído, assim a distinção na estrutura eletrônica e os picos visivelmente diferentes entre as amostras inexistindo. Outra hipótese é a presença de picos mais intensos que os possivelmente constantes entre os metais ligados ao O e N.

6 CONCLUSÕES

A partir da Análise Térmica das amostras em conjunto com os espectros de Infravermelho, pode-se inferir que o composto essencialmente formado consiste numa maior fase de $\text{Al}(\text{8Q})_3$, porém o diferente comportamento térmico demonstra que existem diferenças perceptíveis entre as duas amostras, isto pode ser devido a presença de diferentes metais que em pequena quantidade afetam o comportamento térmico da amostra S1. O comportamento térmico de S2 em atmosfera inerte se mostra similar a muitos trabalhos científicos sobre o complexo $\text{Al}(\text{8Q})_3$, já o comportamento variável e instável de S1 demonstra que existe alguma diferença de composição, provavelmente de metais, que devido a sua solubilidade em solução básica (presença de OH^-) comparados a sua presença na lata de alumínio, podem ser Si, Mg, Pb, Sn e Fe.

Sugere-se para trabalhos futuros a utilização de outros métodos quantitativos e/ou qualitativos de identificação de impurezas como a Espectroscopia por Absorção Atômica, Espectroscopia no Ultravioleta e outros métodos poderiam auxiliar no processo de compreensão da constituição do complexo obtido a partir da lata de alumínio.

Por fim, pode-se inferir que o processo de complexação do alumínio presente na lata de alumínio é eficaz, complexando em sua maioria o alumínio e não formando complexos distintos ou degradados de 8-hidroquinolina. Sugere-se para os próximos trabalhos, métodos de purificação e separação dos metais a partir da utilização de compostos quelantes mais seletivos que a 8-hidroquinolina, com posterior complexação com a 8-hidroquinolina para formação de estruturas finas e homogêneas com a adição controlada de base fraca de menor concentração, em reservatórios de maior volume, ou com quantidades menores de amostra, devido a grande adição de NH_4OH , até um volume aproximado de 500 mL.

REFERÊNCIAS

ABAL. Disponível em <<http://www.abal.org.br/estatisticas/nacionais/reciclagem/latas-de-aluminio/>>, acesso em 26 fev. 2014.

ABRALATAS. **Mundo: Índices de reciclagem da lata de alumínio para bebidas – 1991 a 2011 (%)**. Disponível em <<http://abralatas.org.br/index.php/lata-de-aluminio/dados-do-setor>>. Acesso em: 11 ago. 2013.

ALSAFFAR, Kiffaya A.; BDEIR, Layla M. H. **Recycling of Aluminum Beverage Cans**. Journal of Engineering and Development, 2008.

ALUMINA CRYSTAL STRUCTURES. Disponível em <<http://fy.chalmers.se/~f10mh/CVD/aluminaintro.html>>, acesso em 16 set. 2013.

ANDRADE, Maria L. A. **Latas de cervejas e refrigerantes: O Desafio Alumínio x Aço**. BNDES.

ASTM. Disponível em <http://enterprise.astm.org/filtrexx40.cgi?+REDLINE_PAGES/D3004.htm>, acesso em 26 fev. 2014.

BHADURI, E. Zhou; BHADURI, S. B. **Auto ignition processing of nanocrystalline α -Al₂O₃**. Acta Metallurgica Inc. ,Moscou, v. 7, n. 5, p. 487-496, Março, 1996.

CHANDRADASS, J.; et al. **Starch consolidation of alumina: Fabrication and mechanical properties**. Journal of European Ceramic Society, 2009.

CROWN, Brand-Building Packing®. Disponível em <<http://www.crownembalagens.com.br/producao-de-latas.html>>, acesso em 16 set. 2013.

ERVIN, Guy Jr. **Structural Interpretation of the Diaspore-Corundum and Boehmite- γ - Al_2O_3 Transitions**. Acta Cryst. Pensilvânia, v. 5, p. 103-108, Março, 1952.

ERVING, Galen W. **Métodos Instrumentais de Análise Química**. v. 1, 7ª reimpressão, Edgard Blücher, 1998.

EUROPEAN STEEL AND ALLOY GRADES, EN-AW 3004 Disponível em <http://www.steelnumber.com/en/steel_alloy_composition_eu.php?name_id=1048>, acesso em 11 ago. 2013.

EUROPEAN STEEL AND ALLOY GRADES, EN-AW 5182 Disponível em <http://www.steelnumber.com/en/steel_alloy_composition_eu.php?name_id=1103>, acesso em 11 ago. 2013.

GUERREIRO, C. T. R; et al. **Study of the alkaline earth metals with 8-hydroxyquinolate derivatives Calcium complexes**. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, 2002.

IANOS, Robert; LAZAU, Ioan; PACURARIU, Cornelia. **The influence of combustion synthesis conditions on the α - Al_2O_3 powder preparation**. Springer Science, Janeiro, 2009.

MOTHÉ, Cheila G.; AZEVEDO, Aline D. de. **Análise Térmica de materiais**. São Paulo, Artliber, 2009.

PATEL, Khyati D; PATEL, Hasmukh S. **Synthesis, spectroscopic characterization and thermal studies of some divalent transition metal complexes of 8-hydroxyquinoline**. Arabian Journal of Chemistry, Gujarat, Março, 2013.

PAVIA, Donald L., et al. **Introdução à espectroscopia**. São Paulo, Cengage Learning, 2010.

RIBEIRO, C. A.; et al. **Synthesis and thermal study of the barium complexes with 8-hydroxyquinolinate Derivatives.** Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, 2001.

SANTOMAURO, Antonio Carlos. **Vem expansão:** Os eventos esportivos mais importantes da Terra movimentarão o mercado de embalagens de alumínio. Disponível em <<http://www.revistaaluminio.com.br/recicla-inovacao/23/artigo210777-1.asp>>. Acesso em: 24 ago. 2013.

SANTOS, P. S.; et al. **Standard Transition Aluminas. Electron Microscopy Studies.** Materials Research, 2000.

SHRIVER, Duward F.; ATKINS, Peter W. **Química Inorgânica.** 4. ed. Artmed, 2006.

TONIOLO, J. C.; et al. **Synthesis of alumina powders by glycine-nitrate combustion process.** Materials Research, 2004.

TONIOLO, J. C; LIMA, M. D.; TAKIMI, A.S; BERGMANN, C.P. **Synthesis of alumina powders by the glycine-nitrate combustion process.** Materials Research Bulletin, Porto Alegre, Julho, 2004.

ZHURAVLEV, V. D; et al. **Solution combustion synthesis of α -Al₂O₃ using urea.** Ceramics International, 2012.

ZOREL JUNIOR, Henrique E; et al. **Comportamento térmico do 8-quinolinol e seus nitro-derivados.** Química Nova, 2001.